

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-323205

(43)Date of publication of application : 16.12.1997

(51)Int.Cl.

B23B 27/14

B23P 15/28

C23C 14/06

(21)Application number : 08-166810

(71)Applicant : HITACHI TOOL ENG LTD

(22)Date of filing : 05.06.1996

(72)Inventor : SHIMA NOBUHIKO

(54) MULTILAYER COATED HARD TOOL**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a cutting tool further improving oxidation resistance by reducing residual compressive stress, realizing the thickening of a film and adding a prescribed third component to TiAl, in a TiAl film.

SOLUTION: In a multilayer coated hard tool coated with at least two or more layers of a layer [A] composed of the nitride or the carbonitride of Ti and Al wherein the percentage content of Ti to Al is 75 atomic % or more and 98 atomic % or below and a layer [B] composed of the nitride or the carbonitride of Ti and Al wherein the percentage content of Ti to Al is 20 atomic % or more and 65 atomic % or below, the tool is composed by making the value of the I (200)/I (111) of the [A] layer 1 or below and making the value of the I (200)/I (111) of the [B] layer 1 or more.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

31.07.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. *** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The layer which the content of Ti becomes from the nitride of Ti and aluminum which is below 98 atom % more than 75 atom %, or a charcoal nitride to aluminum [A], in the multilayer covering hard tool which covered at least the layer [B] which the content of Ti becomes from the nitride or charcoal nitride of Ti and aluminum which is below 65 atom % more than 20 atom % to aluminum more than two-layer. The multilayer covering hard tool characterized by for the value of $I(200)/I(111)$ of [A] layer being one or less, and the value of $I(200)/I(111)$ of [B] layer being one or more when on-the-strength $I(111)$ of a field in X-ray diffraction (111) and the intensity of a field (200) are set to $I(200)$.

[Claim 2] The multilayer covering hard tool characterized by having the layer which the content of carbon increases from a base front face continuously toward the orientation of a coat front face in a multilayer covering hard tool according to claim 1.

[Claim 3] The multilayer covering hard tool characterized by transposing a part of Ti to the domain of 0.1 atomic ratios to 50 atomic ratios by one sort of Zr, Hf, Cr, W, Y, Si, Ce, and Nd, or two sorts or more in the claim 1 and a multilayer covering hard tool given in two.

[Claim 4] The multilayer covering hard tool characterized by having at least one layer of the oxide layers of aluminum in a multilayer covering hard tool given in three from a claim 1.

[Claim 5] The multilayer covering hard tool which has that a base is a cemented-carbide insertion in a multilayer covering hard tool given in four from a claim 1.

[Claim 6] The multilayer covering hard tool characterized by a base being a high-speed-steel end mill in a multilayer covering hard tool given in four from a claim 1.

[Claim 7] The multilayer covering hard tool characterized by a base being a cermet insertion in a multilayer covering hard tool given in four from a claim 1.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] this invention relates to the covering hard tool which has the outstanding abrasion resistance.

[0002]

[Description of the Prior Art] To conventionally common TiN or TiCN coating, aluminum is made to contain in recent years, the research which raises abrasion resistance and oxidation resistance is made, and various examples which accept the addition effect of aluminum also exist so that it may be represented by JP,4-53642,B and JP,5-67705,B. Moreover, an artificial grid (superlattice) is formed and the example which has improved the property of a coat also accepts. The present condition is that enhancement is being made by these invention to the coat in which conventionally common TiN and TiCN coat contain aluminum.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] however, the inclination that a cutting speed becomes still quick in the latest cutting in order to acquire a high efficiency -- it is -- moreover, metal mold -- also in a manipulation, although the soft steel before heat treatment was cut in many cases conventionally, the present condition is that the example which processes the high degree-of-hardness material after heat treatment directly is increasing in such a high speed cutting and cutting of a high degree-of-hardness material, although addition of aluminum raises the oxidation resistance of a coat and makes abrasion resistance improve rather than TiN coat, it is now -- it is not enough satisfactory. The coat in which the ground was generally formed of the ion plating has compression residual stress, and the thickness of a coat follows this compression residual stress on becoming thick, and increases it. In TiN, TiCN coat and (TiAl) N, and CN (TiAl) coat, at most 5 micrometers of the thickness of the coat to which the adhesion deteriorates, therefore a coat can be equal to use in the present condition in connection with the increase in compression residual stress are a limitation. That abrasion resistance is inferior in the tool which was covered with the ion plating for the reason compared with the covering tool which has the 10-15-micrometer thickness in which vacuum evaporation was carried out by the chemical vapor deposition (CVD) was the fact which cannot deny. Moreover, by formation of an artificial grid, it is a fact that the hardness of a coat improves, although wear-resistant enhancement accepts, such a hard coat has high Young's modulus, and it has the compression residual stress with a very high coat, and a limitation forms at most 3-5 micrometers. Since such an artificial grid coat has high compression residual stress, it has a big technical problem in adhesion.

[0004]

[Means for Solving the Problem] While this invention persons reduce a residual compression stress, realize thick-film-ization in an ion-plating coat and make abrasion resistance improve as a result. Furthermore, by carrying out multilayer covering of two sorts of coats from which a stacking tendency is different, as a result of performing the research which makes oxidation resistance improve. A residual compression stress came to acquire the knowledge that oxidation resistance improves further, by being able to realize thick-film-ization and adding the 3rd predetermined ***** to TiAl, without increasing.

[0005]

[Function] Generally, in an ion plating, a coat has a priority growth azimuth in a crystal growth, and, as a result, the coat with the pillar-shaped crystal structure is formed. If one pillar-shaped crystal grain child is taken out, it is the single crystal with which a crystal growth strong against a fixed azimuth accepts, and there are very few internal defects. That such a crystal forms membranes continuously is the cause which a residual compression stress increases in connection with the increase in the thickness of a coat. By carrying out multilayer covering of two sorts of coats from which a priority growth azimuth is different, respectively, it came to develop the technique which introduces many lattice defects into the interface of a coat and a coat. That is, in carrying out multilayer covering of the nitride of Ti and aluminum which carries out orientation to the nitride, the charcoal nitride, and field (200) of Ti and aluminum which carry out orientation to a field (111), and the charcoal nitride, an interface becomes discontinuous, epitaxial growth is suppressed and many lattice defects are introduced. The rearrangement of the lattice defect of these many is carried out during growth so that the residual compression stress of a coat may be eased, and it suppresses the residual stress of a result and a coat and enables thick-film-ization. For example, when 0.5 micrometers of the nitrides of Ti and aluminum which carry out orientation to (200) are formed, residual stress is 1.2GPa, if 10 micrometers of this coat are formed, a residual compression stress will exceed 8GPa and adhesion will deteriorate remarkably. When 0.5 micrometers of the nitrides of Ti and aluminum which carry out orientation of the nitride of Ti and aluminum which carries out orientation on the other hand (200) to 0.5 micrometers and (111) and from which composition is different are formed and a 10-micrometer coat is formed in multilayer covering of this repeat, the residual compression stress is 2GPas at most what should be surprised. Therefore, according to this invention, thick-film-izing of the nitride of the compound of Ti and aluminum and a charcoal nitride is easily possible, and it is possible to give very high abrasion resistance, without as a result degrading the adhesion of a coat in a covering tool.

[0006] Furthermore, it accepted that the crack generated on the coat front face during cutting is in the inclination that the transmission is suppressed, in the interface of the coat from which the orientation of a crystal growth is different. That is, many lattice defects of an interface ease the stress concentration generated at the nose of cam of a crack, and high resistance is shown to transmission of a crack. Simultaneously, a crack suppresses sharply the deficit of the edge of a blade which spreads in accordance with an interface and originates in the transmission to a base, and it, when progressing further. Therefore, in order that a crack may seldom spread the multilayer covering hard tool which this invention twists while it has high abrasion resistance by thick-film-ization, it has high toughness simultaneously.

Therefore, when a coat is thick, the thing [*****] for which a tool life is raised when comparatively thin cannot be overemphasized. Moreover, as a result of adding a research to the oxidation-resistant enhancement in the nitride of Ti and aluminum, and the charcoal nitride itself, it found out that oxidation resistance was improved remarkably by adding a component called Zr, Hf, and Y. Moreover, as for the multilayer coat by this invention, for a parvus reason, a residual compression stress shows very high adhesion also to high-speed steel and a cermet alloy extremely like the above-mentioned. Generally compressive stress generates the coat of an ion plating during coating. Moreover, since high-speed steel and a cermet alloy have a coefficient of thermal expansion larger than a coat, in the cooling process after coating, compressive stress is further added to a coat. Consequently, when it takes out to a room temperature, it has compressive stress very higher than the case of a cemented-carbide base, and a result and adhesion become remarkably bad. this invention multilayer coat also solves such a trouble.

[0007] Next, it is possible for a coat degree of hardness to improve remarkably and to make the further wear-resistant enhancement realize by making a coat contain carbon. In this case, if a carbon content is changed discontinuously, since the residual compression stress of the coat which contains carbon generally is remarkable and is high, the interface intensity will deteriorate remarkably. Therefore, the wear-resistant enhancement by the enhancement in hardness on the lubricous disposition of a coat is possible, without producing a problem in adhesion in making C₂H₂ or a carbon source of supply called CH₄ increase gradually continuously, and making a coat contain carbon, in order to make carbon contain.

[0008] Furthermore, the phenomenon in which wear advanced was found out by the repeat in which the porous oxide film which a coat oxidizes and was formed during cutting is worn out. It is the most effective to make aluminum₂O₃ most stable coat intervene to oxidation as a means to suppress oxidation of this coat further. Therefore, after forming a coat by the ion plating, it succeeded in forming aluminum₂O₃ extremely excellent coat of adhesion by forming aluminum₂O₃ by plasma CVD or MOCVD. Wear by oxidation of a coat is sharply suppressed by formation of aluminum₂O₃. The feed per revolution per one blade is comparatively high, and the coat especially by this invention is effective especially in the intended use which the base called the insertion of a cemented carbide or a cermet alloy, and the high-speed-steel end mill and by which abrasion resistance and toughness (crack-proof transmission nature) are needed for a coat.

[0009] Hereafter, the ground which limited the numeric value is described. The content of Ti of a layer [A] the ground which the content of Ti of a layer [B] made below 65 atom % more than 20 atom % to aluminum below 98 atom % more than 75 atom % to aluminum in the composition with the comparatively near content of two-layer Ti and two-layer aluminum. Since it was easy to grow epitaxially among 2 phases and many defects were not able to be introduced into an interface when the below-mentioned field azimuth is reversed, in the layer [A], the content of Ti carried out to more than 75 atom % to aluminum, and carried out to below 65 atom % in the layer [B]. Moreover, having made the content of Ti below into 98 atom % to aluminum in the layer [A] If it is more than 98 atom %, in order not to demonstrate the property which TiAl originally has, having carried out the content of Ti to more than 20 atom % to aluminum in the layer [B]. Since it became close to the property of AlN and a wear-resistant degradation was shown when it is below 20 atom %, in the layer [A], it carried out to more than 20 atom % in the layer [B] below 98 atom %.

[0010] In order to have compressive stress higher as this coat carries out orientation to a field (111) strongly, since it was [the residual compression stress of this coat / itself] lower to carry out orientation to a field (200), the ground for having made the nitride of Ti and aluminum and the value of I (200)/I (111) of a charcoal nitride layer [B] or more into one was preferably made or more into one that orientation should be carried out to a field (200). Ti content receives aluminum. the nitride of below 98 atom % **, and a charcoal nitride layer [A] more than 75 atom % as mentioned above. In order to introduce a lattice defect into an interface in the nitride of Ti and aluminum which carried out orientation to the field, and multilayer covering with a charcoal nitride layer [B], (200) The field had to be made to carry out orientation contrary to the nitride of the above Ti and aluminum, and a charcoal nitride layer [B] (111), and the value of I (200)/I (111) was made or less into one. Since the abrasion resistance which the nitride of Ti and aluminum and a charcoal nitride originally have would be degraded if an effect will not accept at all to oxidation-resistant enhancement in the amount of substitutes if it is below 0.1 atom %, and 50 atom % is exceeded to Zr, Hf, Y, etc. of the 3rd component, it carried out to below 50 atom % more than 0.1 atom %. Based on an example, this invention is explained below.

[0011]

[Example]

Example 1 JIS By the arc ion-plating method, (Ti_{0.95}aluminum_{0.05}), the target (Ti_{0.85}aluminum_{0.15}), and (Ti_{0.5}aluminum_{0.5}) the target (Ti_{0.3}aluminum_{0.7}) were used for the commercial high-speed-steel ***** end mill of a cemented-carbide insertion of P40 grade, and phi 12 or 4 sheets blade, and the coat shown in Table 1 was formed in it.

[0012]

[Table 1]

試料	層数 (μm)	層数	1A層 TEALN		B1層 TEATA		工具寿命 (m)		
			1C(200) 1C(111)	電成 (50A)	1C(200) 1C(111)	電成 (50A)	超硬インサート	HSS・EM	
本 発 明 例	1	8	15	0.5	85/15	2.5	30/50	9.2	60.1
	2	8	15	0.5	85/15	3.2	30/50	10.1	85.3
	3	8	15	0.1	95/5	1.8	50/50	11.2	63.2
	4	8	15	0.1	95/5	2.5	30/70	15.1	48.5
	5	13	26	0.8	85/15	8.2	50/50	27.2	88.1
	6	5	10	0.6	85/15	2.6	50/50	6.3	44.2
	7	3	8	0.3	85/15	6.3	50/50	3.2	35.1
	8	10	20	0.1	85/15	11.8	30/70	10.5	68.3
	9	10	20	0.1	85/15	15.3	30/70	15.2	58.2
	10	10	40	0.1	85/15	15.3	30/70	18.2	62.1
比 較 例	11	3	1(CrN)	0.5	100/0			0.8	8.3
	12	10	1(CrN)	0.5	100/0			0.5 剝離	1.5 チッピング
	13	3	1(TiAlN)	-	-	10.2	50/50	1.5	21.2
	14	10	1(TiAlN)	-	-	10.2	30/50	0.5 剝離	10.2 チッピング

[0013] TiN and TiAlN coat were formed by the arc ion-plating method same as a comparison tool. In the cemented-carbide insertion, milling cutter cutting was performed based on the cutting conditions 1, it asked with the cutting length until a flank-wear value becomes 0.3mm, and it was made into the life. Moreover, in the high-speed-steel end mill, it cut based on the cutting conditions 2, and asked for the length of cut until a flank-wear value becomes 0.2mm, and it was made into the life. The result is also written together to Table 1. A cutting conditions -1 is **ed material DAC (temper material HRC= 40) and a cutting speed, 100m / min, feed per revolution 0.1mm / blade, slitting 2mm and the insertion were taken as the SEE42-TN configuration. A cutting conditions -2 is **ed material DAC (raw material HRC= 10), the cutting speed of 50m / min, and a feed per revolution, 0.07mm / blade, the amount of shaft-orientations slittings 18mm, the amount of orientation slittings of a path 6mm, cutting oil nothing, Down It carried out by Cut.

[0014] Also in thick-film-izing of 10 micrometers or more, neither sublation of a coat nor the chipping of the edge of a blade accepts, but stable prolonged cutting is possible for the multilayer covering tool by this invention so that clearly from Table 1.

[0015] After forming the invention alloy shown in Table 2 like an example 1 using the arc ion-plating method using the insert die of cemented carbides used in the example 2 example 1, 600 degrees C, 1hr, and alpha-aluminum₂O₃ were formed as an outermost layer on it by MO-CVD. By the cutting conditions 1, the result which evaluated the life is written together to Table 2. In addition, in the example 2, composition of [A] layer set composition of Ti/aluminum=85/15, and a [B] layer to Ti/aluminum=50/50.

[0016]

[Table 2]

試料	切削厚 (μm)	層数	[A]TiAlN I(200) /I(111)	[B]TiAlN I(200) /I(111)	A)Al ₂ O ₃ 膜厚 (μm)	寿命 (π)	
本例	15	10	20	0.6	10.1	0.5	22.4
発	10	12	30	0.8	6.0	0.5	12.1
明	17	8	20	0.2	16.2	0.5	19.5
比	18	10	1(TiAl) ₉	-	11.5	-	1.2(300度発)
例	16	8	1(TiAl) ₉	-	9.8	-	1.2

[0017] When this invention tool forms aluminum₂O₃ coat, reinforcement is further attained, so that clearly from Table 2.

[0018] In the example of this invention of the sample number 1 made as an experiment in the example 3 example 1, the carbon content was made to increase [be / under / coat / continuity / it], and the tool which made carbon contain was manufactured. The content is shown in Table 3.

[0019]

[Table 3]

材料	同膜厚 (μm)	層数	a	b	[A]TiAlN I(200) /I(111)	[B]TiAlN 炭素係 I(200) C/S /I(111)	工具寿命 (m)			
							硬質-インサート	TISS-EM		
本発明例比較	1	8	16	-	-	0.6	2.3	9.2	ED.1	
	20	6	16	0.6	5.8	0.7	2.8	1/1	15.2	ED.6
	21	6	16	0.5	7.0	0.7	2.8	1/1	23.2	ED.2
	22	6	16	3.2	7.0	0.7	2.8	1/2	17.2	ED.7
	23	8	1(TiN)	-	-	-	1.8	-	0.2 剥離	1.2 チッピング
24	6	1(TiN)	-	-	-	6.1	-	1.7	22.2	

[0020] Among Table 3, the thickness of the coat at the time of alpha beginning to add C₂H₂ and b increase C₂H₂ amount gradually, and show the thickness of the coat at the time of suppose that it is fixed after that. That is, between a-b is the layer which a carbon content increases continuously. In this case, thickness of each class of the nitride of Ti or the charcoal nitrides Ti and aluminum, the nitride of the 3rd component, or a charcoal nitride was set to 0.5 micrometers, respectively. Moreover, the ratio of Ti/aluminum of a layer [A] made the ratio of Ti/aluminum of 95/5 and a layer [B] 50/50. In the cutting conditionss 1 and 2 shown in the example 1, the cutting test was performed to the insert die of cemented carbides and the high-speed-steel end mill, and the life was searched for. The result is also written together to Table 3. Further wear-resistant enhancement is checked by this invention alloy by content bundle ***** in carbon so that clearly from Table 3.

[0021] The target of the 3rd component was installed for one of the best card row using the arc ion plating system which has the target of 46 examples (three step x2 train), and invention of composition which uses three of Ti target and an opposite train as TiAl target, and shows two under it in Table 4 was manufactured.

[0022]

[Table 4]

試料	B層組成	[A]層組成	被膜厚 (μm)	層数	[A]TiAlN/[B]TiAlN		酸化被膜厚 (μm)	寿命 (m)
					I(200) /I(111)	I(200) /I(111)		
本発明例	1 (Ti-41%Al)	Ti-41%Al-5%N	5	16	0.5	1.5	1.2	6.3
	25 (Ti-41%Al-2%Zr)	"	5	16	0.5	1.5	1.2	7.2
	26 (Ti-41%Al-3%Nb)	"	5	16	0.5	1.5	1.4	8.5
	27 (Ti-41%Al-3%Co)	"	5	16	0.5	1.5	1.5	7.8
	28 (Ti-41%Al-3%Ta)	"	5	16	0.5	1.5	1.2	9.0
	29 (Ti-41%Al-3%Ta-5%Nb)	"	5	16	0.5	1.5	1.1	15.2
	30 (Ti-41%Al-3%Si)	Ti-41%Al-5%Nb	5	16	0.6	1.7	1.1	17.5
	31 (Ti-41%Al-3%Co)	"	5	16	0.5	1.5	1.1	12.3
	32 (Ti-41%Al-3%Nb)	"	5	16	0.5	1.5	1.1	11.5
	33 (Ti-41%Al-3%Zr)	"	5	16	0.2	5.5	1.1	6.2
	34 (Ti-41%Al-3%Ta-5%Nb)	"	5	16	0.2	4.2	1.05	8.0
	35 (Ti-41%Al-3%Ta-5%Nb)	"	5	16	0.5	1.5	1.15	10.0
	36 TiN	"	5	1	0.5		7.5	0.6
	37 (Ti-41%Al)	"	5	1		1.5	1.3	0.5 剥離
	38 (Ti-41%Al)	"	5	1		2.0	1.5	1.7

[0023] The 3rd component ratio was controlled by adjusting the arc current value simultaneously passed at the 3rd component target, although it changed with the distance from the 3rd component target. It was made to oxidize by having carried out 1hr hold of these examples of this invention, and the example of a comparison at 750 degrees C among the atmospheric air, and the oxidation thickness was controlled. The result is written together to Table 4. Moreover, the result which carried out life evaluation in the insertion is also written together by the cutting conditions 1.

[0024] From Table 4, oxidation-resistant remarkable enhancement accepted according to the effect of the 3rd added component, and the enhancement in the life which originates in oxidation-resistant enhancement simultaneously was checked.

[0025] example 525TiC-30TiN-20WC-5TaC-5Mo2C-8Co-7nickel (weight %) -- it manufactured from the content which shows the cermet alloy of composition in Table 5, and coated like the example 1

[0026]

[Table 5]

試料		膜厚 (μm)	層数	[A]TiAlN	[B]TiAlN	T点寿命 (m)
				I(200) /I(111)	I(200) /I(111)	
本発明例	36	5	16	0.6	2.0	19.2
	37	5	16	0.6	3.5	23.2
	38	5	16	0.1	2.0	31.6
	39	5	16	0.1	4.2	40.3
	40	10	26	0.5	9.0	53.2
比較例	39	5	1(TiN)	0.5	-	8.2
	40	10	1(TiN)	0.5	-	0.1 剥離
	41	5	1(TiAlN)	-	10.2	10.8
	42	10	1(TiAlN)	-	10.2	0.1 剥離

[0027] The composition ratio of TiAlN of a layer [A] made it of Ti/aluminum=85/15, and a layer [B] 50/50. In the insertion, the cutting conditions 3 performed cutting evaluation, and it considered as the life in quest of the length of cut until the amount of flank wears becomes 0.15mm. The result is written together to Table 5. The configuration of 3 and an insertion (SEE42-TN) is used and a cutting conditions is ** material SKD 61 (raw material HRC12)-ed, the cutting speed of 250m / min, and a feed per revolution. 0.1mm / blade, the amount of slittings It is 2mm. The size of **-ed material is the same as that of an example 1. In the example of this invention, there is no sublation of a coat during cutting and long lasting achievement is possible as shown in Table 5.

[0028]

[Effect of the Invention] While the residual compression stress accompanied by the increase in the thickness of a coat was eased by applying this invention like the above, thick-film-ization was completed, and further, since it was hard to spread a crack, without degrading membranous adhesion, the coat which has high toughness simultaneously was obtained. Moreover, a coat degree of hardness, lubricity, and oxidation resistance can be notably raised by combining carbon with the 3rd element, an oxide coat, and a coat for inclusion etc.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-323205

(43) 公開日 平成9年(1997)12月16日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 3 B 27/14			B 2 3 B 27/14	A
B 2 3 P 15/28			B 2 3 P 15/28	A
C 2 3 C 14/06			C 2 3 C 14/06	P

審査請求 有 請求項の数 7 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-166810

(22) 出願日 平成8年(1996)6月5日

(71) 出願人 000233066

日立ツール株式会社

東京都江東区東陽4丁目1番13号

(72) 発明者 島 順彦

千葉県成田市新泉13番地の2 日立ツール
株式会社成田工場内

(54) 【発明の名称】 多層被覆硬質工具

(57) 【要約】

【目的】 T i A l 系皮膜において、残留圧縮応力を低減し、厚膜化を実現し、また、T i A l に対し所定の第3成分にを添加することにより、更に耐酸化性を向上させた切削工具を提供する。

【構成】 A l に対し T i の含有率が75原子%以上98原子%以下である T i と A l の窒化物、もしくは炭窒化物からなる層 [A] と、A l に対し T i の含有率が20原子%以上65原子%以下である T i と A l の窒化物、もしくは炭窒化物からなる層 [B]、少なくとも2層以上被覆した多層被覆硬質工具において、[A] 層の $I(200)/I(111)$ の値が1以下であり、

[B] 層の $I(200)/I(111)$ の値が1以上とすることにより構成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Alに対しTiの含有率が75原子%以上98原子%以下であるTiとAlの窒化物、もしくは炭窒化物からなる層[A]と、Alに対しTiの含有率が20原子%以上65原子%以下であるTiとAlの窒化物もしくは炭窒化物からなる層[B]を、少なくとも2層以上被覆した多層被覆硬質工具において、X線回折における(111)面の強度I(111)、(200)面の強度をI(200)としたとき、[A]層のI(200)/I(111)の値が1以下であり、[B]層のI(200)/I(111)の値が1以上であることを特徴とする多層被覆硬質工具。

【請求項2】 請求項1記載の多層被覆硬質工具において、カーボンの含有量が基体表面から被膜表面の方向に向かい連続して増加する層を有することを特徴とする多層被覆硬質工具。

【請求項3】 請求項1及び2記載の多層被覆硬質工具において、Tiの一部をZr、Hf、Cr、W、Y、Si、Ce、Ndの1種、または2種以上で0.1原子パーセントから50原子パーセントの範囲に置き換えたことを特徴とする多層被覆硬質工具。

【請求項4】 請求項1から3記載の多層被覆硬質工具において、Alの酸化層を少なくとも1層有することを特徴とする多層被覆硬質工具。

【請求項5】 請求項1から4記載の多層被覆硬質工具において、基体が超硬合金インサートであることを有する多層被覆硬質工具。

【請求項6】 請求項1から4記載の多層被覆硬質工具において、基体が高速度鋼エンドミルであることを特徴とする多層被覆硬質工具。

【請求項7】 請求項1から4記載の多層被覆硬質工具において、基体がサーメットインサートであることを特徴とする多層被覆硬質工具。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】 本発明は、優れた耐摩耗性を有する被覆硬質工具に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来一般的であったTiNやTiCNコーティングに対し、近年Alを含有させ、耐摩耗性、耐酸化性を向上させる研究がなされ、特公平4-53642号、特公平5-67705号に代表されるように、Alの添加効果を認める事例も種々存在する。また、人工格子（超格子）を形成し、皮膜の特性を改善した事例も認められる。これらの発明により、従来一般的であったTiNやTiCN皮膜がAlを含有する皮膜へと改良がなされつつあるのが現状である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、最近の切削加工においては、高能率を得るため切削速度が更に

速くなる傾向にあり、また、金型加工においても、従来は熱処理前の軟らかい鋼を切削していた場合が多いが、熱処理後の高硬度材を直接加工する事例が増えつつあるのが現状である。このような高速切削、並びに高硬度材料の切削においては、Alの添加は皮膜の耐酸化性を向上させ、TiN皮膜よりは耐摩耗性を向上せしめるものの、今だ十分に満足のものではない。その理由は、一般的にイオンプレーティングにより形成された皮膜は、圧縮残留応力を有し、この圧縮残留応力は、皮膜の膜厚が厚くなるに伴い増加する。皮膜は圧縮残留応力の増加に伴い、その密着性は劣化し、従って現状では使用に耐え得る皮膜の厚さは、TiN、TiCN皮膜、及び(TiAl)N、(TiAl)CN皮膜において、せいぜい5μmが限界である。その為イオンプレーティングにより被覆された工具は、化学蒸着法(CVD)により蒸着された10~15μmの膜厚を有する被覆工具に比べ、耐摩耗性が劣ることは否定できない事実であった。また、人工格子の形成により、皮膜の硬さが向上することは事実であり、耐摩耗性の向上は認められるものの、このような硬い皮膜はヤング率が高く、皮膜が非常に高い圧縮残留応力を有し、せいぜい3~5μmを形成するのが限界である。このような人工格子皮膜は、高い圧縮残留応力を有するために密着性に大きな課題を有するものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、イオンプレーティング皮膜において、残留圧縮応力を低減し、厚膜化を実現し、その結果耐摩耗性を向上せしめるとともに、更に耐酸化性を向上せしめる研究を行った結果、配向性の異なる2種の皮膜を多層被覆することにより、残留圧縮応力は増加することなく、厚膜化が実現でき、また、TiAlに対し所定の第3成分にを添加することにより、更に耐酸化性が向上するという知見を得るに至った。

【0005】

【作用】 一般にイオンプレーティングにおいては、皮膜は結晶成長において優先成長方位を有し、その結果、柱状の結晶構造を持つ皮膜が形成される。1つの柱状の結晶粒子を取り出してみれば、一定方位に強い結晶成長が認められる単結晶であり、内部欠陥は極めて少ない。このような結晶が連続して成膜することが、皮膜の厚さの増加に伴い残留圧縮応力が増加する原因である。優先成長方位のそれぞれ異なる2種の皮膜を多層被覆することにより、皮膜と皮膜の界面に多くの格子欠陥を導入する技術を開発するに至った。つまり、(111)面に配向するTiとAlの窒化物、炭窒化物と(200)面に配向するTiとAlの窒化物、炭窒化物を多層被覆することにおいて界面は不連続となり、エピタキシャル成長が抑制され、多くの格子欠陥が導入される。この多くの格子欠陥は、皮膜の残留圧縮応力を緩和するように成長中

に再配列し、結果、皮膜の残留応力を抑制し、厚膜化を可能にするものである。例えば、(200)に配向するTiとAlの窒化物を $0.5\mu\text{m}$ 形成すると残留応力は、 1.2GPa であり、この皮膜を $10\mu\text{m}$ 形成すると残留圧縮応力は、 8GPa を越え著しく密着性が劣化する。一方(200)に配向するTiとAlの窒化物を $0.5\mu\text{m}$ 、(111)に配向する組成の異なるTiとAlの窒化物を $0.5\mu\text{m}$ 形成し、この繰り返しの多層被覆において $10\mu\text{m}$ の皮膜を形成した場合は、驚くべき事にその残留圧縮応力は、せいぜい 2GPa である。従って、本発明によれば容易にTiとAlの化合物の窒化物、炭窒化物の厚膜化が可能であり、その結果被覆工具に皮膜の密着性を劣化させることなく、非常に高い耐摩耗性を付与することが可能である。

【0006】更に、切削中に皮膜表面に発生したクラックは、結晶成長方向の異なる皮膜の界面において、その伝播が抑制される傾向にあることが認められた。つまり、クラック先端に発生する応力集中を界面の多数の格子欠陥が緩和し、クラックの伝播に対し高い抵抗を示す。同時にクラックは、更に進展する場合、界面に沿って伝播し基体への伝播、それに起因する刃先の欠損を大巾に抑制するものである。従って、本発明による多層被覆硬質工具は、厚膜化により高い耐摩耗性を有すると共に、クラックが伝播し難いため、同時に高い靱性を有するものである。よって、皮膜が厚い時のみならず、比較的薄い場合においても工具寿命を向上させることは言うまでもない。また、TiとAlの窒化物、炭窒化物そのものの耐酸化性の向上に対し研究を加えた結果、Zr、Hf、Yといった成分を添加することにより、耐酸化性が著しく改善されることを見出した。また、本発明による多層皮膜は、前述のごとく残留圧縮応力が極めて小さいため、高速度鋼、及びサーメット合金に対しても極めて高い密着性を示すものである。一般的にイオンプレーティングの皮膜は、コーティング中に圧縮応力が発生する。また、高速度鋼やサーメット合金は、熱膨張係数が皮膜よりも大きいため、コーティング後の冷却工程において皮膜には更に圧縮応力が付加される。その結果、室温に取り出した時、超硬合金基体の場合よりも非常に高い圧縮応力を有し、結果、密着性が著しく悪くなる。このような問題点も本発明多層皮膜は、解決するものである。

【0007】次に、皮膜にカーボン含有させることにより、皮膜硬度が著しく向上し、更なる耐摩耗性の向上を実現させることが可能である。この場合、カーボン含有量を不連続に変化させると概してカーボン含有する皮膜の残留圧縮応力は著しく高いため、その界面強度が著しく劣化する。従って、カーボン含有させるためには、 C_2H_2 あるいは CH_4 といったカーボン供給源を連続して徐々に増加させ、皮膜にカーボン含有せしめることにおいて、密着性に問題を生じることなく、皮膜の

潤滑性向上、及び硬さ向上による耐摩耗性の向上が可能である。

【0008】更に、切削中に皮膜は酸化し、形成されたポーラスな酸化皮膜が摩耗する繰り返しにより、摩耗が進行する現象を見出した。この皮膜の酸化を更に抑制する手段としては、酸化に対し最も安定である Al_2O_3 皮膜を介在させることが最も効果的である。そのため、イオンプレーティングにより皮膜を形成した後、プラズマCVDもしくはMOCVDにより Al_2O_3 を形成することにより、密着性の極めて優れる Al_2O_3 皮膜を形成することに成功した。 Al_2O_3 の形成により、皮膜の酸化による摩耗は大巾に抑制される。特に本発明による皮膜は、基体が超硬合金、あるいはサーメット合金のインサート、高速度鋼エンドミルといったような比較的一刃当たりの送り量が高く、皮膜に耐摩耗性と靱性(耐クラック伝播性)が必要とされる用途において特に有効である。

【0009】以下、数値を限定した理由について述べる。層[A]のTiの含有量がAlに対し、75原子%以上98原子%以下、並びに層[B]のTiの含有量がAlに対し20原子%以上65原子%以下とした理由は、2層のTiとAlの含有量が比較的近い組成においては、後述の面方位を反転させた場合においても2相間でエピタキシャル成長し易く、界面に欠陥を多数導入できないため、層[A]においては、Tiの含有量はAlに対し75原子%以上とし、層[B]においては、65原子%以下とした。また、層[A]においてTiの含有量をAlに対し98原子%以下としたのは、98原子%以上であると本来TiAlの有する特性を発揮しないため、また、層[B]においてTiの含有量をAlに対し20原子%以上としたのは、20原子%以下であるとAlNの特性に近くなり耐摩耗性の劣化を示すため、層[A]においては98原子%以下、層[B]においては20原子%以上とした。

【0010】TiとAlの窒化物、炭窒化物層[B]の $I(200)/I(111)$ の値を1以上とした理由は、この皮膜が(111)面に強く配向すればするほど高い圧縮応力を有するようになるため、好ましくなく、(200)面に配向した方が、この皮膜自体の残留圧縮応力が低いため、(200)面に配向すべく1以上とした。Ti含有量がAlに対し75原子%以上98原子%以下の窒化物、炭窒化物層[A]は前述のように、

(200)面に配向したTiとAlの窒化物、炭窒化物層[B]との多層被覆において、界面に格子欠陥を導入するため、前記TiとAlの窒化物、炭窒化物層[B]と反対に(111)面に配向させなければならず、 $I(200)/I(111)$ の値は1以下とした。第3成分のZr、Hf、Y等に対しては、その置換量において0.1原子%以下だと耐酸化性の向上に対し、全く効果が認められず、また、50原子%を越えると本来Tiと

Alの窒化物、炭窒化物が有する耐摩耗性を劣化させるため、0.1原子%以上50原子%以下とした。以下に実施例に基づき本発明を説明する。

【0011】

【実施例】

実施例1

JIS P40グレードの超硬合金インサート、及びφ

12、4枚刃の市販高速度鋼ラフィングエンドミルにアークイオンプレーティング法により、(Ti_{0.95}Al_{0.05})、(Ti_{0.85}Al_{0.15})ターゲット、及び(Ti_{0.5}Al_{0.5})、(Ti_{0.3}Al_{0.7})ターゲットを用い、表1に示す皮膜を形成した。

【0012】

【表1】

試料	層厚 (μm)		層数	[A]層 TiAlN		[B]層 TiAlN		工具寿命 (m)	
				I(200) /I(111)	組成 (Ti/Al)	I(200) /I(111)	組成 (Ti/Al)	超硬インサート	HSS・EM
本 発 明 例	1	8	16	0.5	85/15	2.5	50/50	9.2	60.1
	2	8	16	0.5	85/15	3.2	50/50	10.1	85.2
	3	8	16	0.1	95/5	1.8	50/50	11.2	63.2
	4	8	16	0.1	95/5	7.5	30/70	15.1	48.5
	5	13	26	0.5	85/15	8.2	50/50	27.2	89.1
	6	5	10	0.5	85/15	7.5	50/50	6.3	45.2
	7	8	8	0.5	85/15	6.3	50/50	3.2	35.1
	8	10	20	0.1	85/15	11.3	30/70	10.5	69.2
	9	10	20	0.1	95/15	15.3	30/70	15.2	58.2
	10	10	40	0.1	95/15	15.3	30/70	18.2	62.1
比 較 例	11	3	1(TiN)	0.5	100/0	-	-	0.8	8.3
	12	10	1(TiN)	0.5	100/0	-	-	0.5 剥離	1.5 チッピング
	13	3	1(TiAlN)	-	-	10.2	50/50	1.5	21.2
	14	10	1(TiAlN)	-	-	10.2	50/50	0.5 剥離	10.2 チッピング

【0013】比較工具として同じアークイオンプレーティング法により、TiN、TiAlN皮膜を形成した。超硬合金インサートにおいては、切削条件1に基づきフライス切削を行い、逃げ面摩耗値が0.3mmに達するまでの切削長さ求め、それを寿命とした。また、高速度鋼エンドミルにおいては、切削条件2に基づき切削を行い、逃げ面摩耗値が0.2mmに達するまでの切削長を求め、それを寿命とした。その結果も表1に併記する。切削条件-1は、被削材DAC（調質材 HRC=40）、切削速度 100m/min、送り量 0.1mm/刃、切り込み 2mm、インサートはSEE42-TN形状とした。切削条件-2は、被削材DAC（生材 HRC=10）、切削速度 50m/min、送り量 0.07mm/刃、軸方向切り込み量 18mm、径方向切り込み量 6mm、切削油なし、Down Cutで行った。

【0014】表1から明らかなように本発明による多層被覆工具は、10μm以上の厚膜化においても皮膜の剥離や刃先のチッピングは認められず、安定した長時間の切削が可能である。

【0015】実施例2

実施例1で用いた超硬インサートを用い、表2に示す発明合金を実施例1と同様にアークイオンプレーティング法を用い成膜した後、MO-CVDにより600℃、1hr、α-Al₂O₃をその上に最外層として成膜した。切削条件1により、その寿命を評価した結果を表2に併記する。尚、実施例2において[A]層の組成はTi/Al=85/15、「B」層の組成はTi/Al=50/50とした。

【0016】

【表2】

試料	層厚 (μm)	層数	[A]TiAlN		[B]TiAlN		Al ₂ O ₃ 膜厚 (μm)	寿命 (m)
			I(200) /I(111)	組成 (Ti/Al)	I(200) /I(111)	組成 (Ti/Al)		
本 例 発 明	15	10	20	0.6	10.1	5.0	0.5	22.4
	16	13	32	0.6	5.0	0.5	0.5	42.1
	17	5	20	0.2	16.2	0.5	0.5	19.5
比 例 較	18	10	1(TiAlN)	-	11.5	-	-	1.2剥離発生
	19	3	1(TiAlN)	-	8.8	-	-	1.2

【0017】表2から明らかなように本発明工具は、Al₂O₃皮膜を形成することにより、更に長寿命化が達成される。

【0018】実施例3

実施例1で試作した試料番号1の本発明例において、皮膜中に連続してカーボン含有量を増加させ、カーボンを

含有せしめた工具を製作した。その内容を表3に示す。

【表3】

【0019】

試料		層膜厚 (μm)	層数	a	b	[A]TiAlN	[B]TiAlN	最終膜 C/N	工具寿命 (m)	
						I(200) /I(111)	I(200) /I(111)		超硬インサート	HSS・EM
本 発 明 例	1	8	16	-	-	0.6	2.3	-	9.2	60.1
	20	8	16	0.5	5.8	0.7	2.8	1/1	15.2	66.6
	21	8	16	0.5	7.0	0.7	2.8	1/1	23.2	73.2
	22	8	16	3.2	7.0	0.7	2.8	1/2	17.2	65.7
比 較	23	8	1(TiN)	-	-	-	1.8	-	0.2 剥離	1.2 チッピング
	24	5	1(TiN)	-	-	-	6.1	-	1.7	22.2

【0020】表3中、 α は C_2H_2 を添加し始めた時点の皮膜の厚さ、 b は徐々に C_2H_2 量を増やし、その後一定とした時点の皮膜の厚さを示す。すなわち $a-b$ の間が連続してカーボン含有量が増加する層である。この場合、Tiの窒化物もしくは炭窒化物TiとAlと第3成分の窒化物もしくは炭窒化物の各層の厚さはそれぞれ $0.5\mu\text{m}$ とした。また、層[A]のTi/Alの比は $95/5$ 、層[B]のTi/Alの比は $50/50$ とした。実施例1において示した切削条件1、及び2において超硬インサート、高速度鋼エンドミルに対し、切削テストを行い寿命を求めた。その結果も表3に併記する。

表3から明らかなように、本発明合金にカーボンを含有量しめることにより、更に耐摩耗性の向上が確認される。

【0021】実施例4

6ヶのターゲットを有するアークイオンプレーティング装置を用い(3段 \times 2列)最上段の1ヶを第3成分のターゲットを設置し、そのしたの2ヶをTiターゲット、反対の列の3ヶをTiAlターゲットとし表4に示す組成の発明を製作した。

【0022】

【表4】

試料		[B]膜 組成	[A]膜 組成	総膜厚 (μm)	層数	[A]TiAlN	[B]TiAlN	酸化 膜厚 (μm)	寿命 (m)
						I(200) /I(111)	I(200) /I(111)		
本 発 明 例	1	(Ti _{0.95} Al _{0.05})N	Ti _{0.95} Al _{0.05} N	8	16	0.5	1.5	1.2	6.3
	25	(Ti _{0.47} Al _{0.47} Zr _{0.06})N	-	8	16	0.5	1.5	0.2	7.2
	26	(Ti _{0.47} Al _{0.47} Hf _{0.06})N	-	8	16	0.5	1.5	0.4	9.5
	27	(Ti _{0.47} Al _{0.47} Cr _{0.06})N	-	8	16	0.5	1.5	0.3	7.3
	28	(Ti _{0.47} Al _{0.47} W _{0.06})N	-	8	16	0.5	1.5	0.2	9.9
	29	(Ti _{0.47} Al _{0.47} Y _{0.06})N	-	8	16	0.5	1.5	0.1	15.2
	30	(Ti _{0.47} Al _{0.47} Si _{0.06})N	Ti _{0.95} Al _{0.05} N	8	16	0.6	1.7	0.1	17.5
	31	(Ti _{0.47} Al _{0.47} Ce _{0.06})N	-	8	16	0.5	1.5	0.1	12.3
	32	(Ti _{0.47} Al _{0.47} Nd _{0.06})N	-	8	16	0.5	1.5	0.1	11.5
	33	(Ti _{0.47} Al _{0.47} Zr _{0.20})N	-	8	16	0.2	3.5	0.1	6.2
	34	(Ti _{0.40} Al _{0.40} Y _{0.20})N	-	8	16	0.2	4.2	0.05	6.0
	35	(Ti _{0.40} Al _{0.40} Y _{0.20})N	-	8	16	0.5	1.5	0.15	10.0
比 較 例	36	TiN	-	8	1	0.5	-	7.5	0.8
	37	(Ti _{0.95} Al _{0.05})N	-	8	1	-	1.5	1.3	0.5 剥離
	38	(Ti _{0.95} Al _{0.05})N	-	8	1	-	2.0	1.5	1.7

【0023】第3成分比は、第3成分ターゲットからの距離により変化するが、また、同時に第3成分ターゲットに流すアーク電流値を調整することにより制御した。これらの本発明例及び比較例を大気中 750°C で1hr保持し酸化をさせ酸化膜厚を制御した。その結果を表4に併記する。また、切削条件1により、インサートにおいて寿命評価をした結果も併記する。

【0024】表4より、添加した第3成分の効果により耐酸化性の著しい向上が認められ、同時に耐酸化性向上に起因する寿命の向上が確認された。

【0025】実施例5

$25\text{TiC}-30\text{TiN}-20\text{WC}-5\text{TaC}-5\text{Mo}_2\text{C}-8\text{Co}-7\text{Ni}$ (重量%) なる組成のサーメット合金を表5に示す内容で製作し、実施例1と同様にコーティングを行った。

【0026】

【表5】

試料		層厚 (μm)	層数	[A]TiAlN	[B]TiAlN	工具寿命 (m)
				I(200) /I(111)	I(200) /I(111)	サーメット インサート
本 発 明 例	36	8	16	0.6	2.6	19.2
	37	8	16	0.6	3.5	23.2
	38	8	16	0.1	2.0	31.5
	39	8	16	0.1	8.2	40.3
	40	13	26	0.5	9.0	53.2
比 較 例	39	3	1(TiN)	0.5	-	8.2
	40	10	1(TiN)	0.5	-	0.1 剥離
	41	3	1(TiAl)N	-	10.2	10.8
	42	10	1(TiAl)N	-	10.2	0.1 剥離

【0027】層 [A] の TiAlN の組成比は Ti/A
1=85/15、層 [B] のそれは 50/50 とした。
インサートにおいて切削条件 3 により切削評価を行い、
逃げ面摩耗量が 0.15mm に達するまでの切削長を求
め寿命とした。その結果を表 5 に併記する。切削条件は

3、インサート (SEE42-TN) の形状を用い、被
削材 SKD61 (生材 HRC12)、切削速度 250
m/min、送り量 0.1mm/刃、切り込み量 2
mm である。被削材の大きさは、実施例 1 と同一であ
る。表 5 に示すとおり、本発明例においては、切削中に
皮膜の剥離がなく、長寿命の達成が可能である。

【0028】

【発明の効果】以上の如く、本発明を適用することによ
り、皮膜の厚さの増加に伴う残留圧縮応力を緩和すると
ともに厚膜化が出来、更に、膜の密着性を劣化させるこ
となく、また、クラックが伝播し難いため、同時に高い
靱性を有する被膜が得られた。また、第 3 元素、酸化物
被膜、皮膜にカーボンを含有等とを組み合わせること
により皮膜硬度、潤滑性、耐酸化性を顕著に向上させるこ
とが出来る。